26 APR 2005

(11)Publication number:

2001-243886

(43)Date of publication of application: 07.09.2001

(51)Int.CI.

H01J 11/02 H01J 9/02

(21)Application number: 2000-055440

(71)Applicant: TORAY IND INC

(22)Date of filing:

01.03.2000

(72)Inventor: OKUYAMA KENTARO

WATANABE OSAMU

## (54) MEMBER FOR PLASMA DISPLAY, PLASMA DISPLAY AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a plasma display and its manufacturing method with high reliability and a longer life.

SOLUTION: The member for a plasma display with a MgO film on a plurality of electrodes on a substrate has density of the MgO film of 3.2 g/cm3 and over. In the manufacturing method for the member for the plasma display and the plasma display formed with MgO film on a plurality electrodes on the substrate, impurity level I in the decompression atmosphere which is calculated by the following formula is 110 ppm and under after the substrate is disposed in a vacuum chamber and discharged of air in advance, in forming the MgO film on a plurality of electrodes on the substrate in the decompression atmosphere with the introducing gas. I= (Qb+Qimp)/Qgas, where, Qb: build up rate of the vacuum chamber, Qimp: quantity of impurity composition in the introducing gas at a gas inlet port of the vacuum chamber, Qgas: introducing gas mass flow. Each unit is Pa.m3/s.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

# THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁(JP)

### (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-243886 (P2001-243886A)

(43)公開日 平成13年9月7日(2001.9.7)

(51) Int.CL7

酸別配号

FΙ

テーマコート\*(参考)

HO1J 11/02

9/02

H01J 11/02

B 5 C 0 2 7

9/02

F 5C040

審査請求 未請求 請求項の数8 OL (全 8 頁)

(21)出願番号

特顏2000-55440(P2000-55440)

(71)出願人 000003159

東レ株式会社

(22)出願日

平成12年3月1日(2000.3.1)

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 奥山 健太郎

滋賀県大津市薗山1丁目1番1号 東レ株

式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 渡邊 修

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株

式会社滋賀事業場内

Fターム(参考) 50027 AA07

50040 FA01 FA04 GE07 GE09 JA07

KA04 KB08 KB19 KB28 KB29

MA10

(54) 【発明の名称】 プラズマディスプレイ用部材およびプラズマディスプレイならびにその製造方法

(57) 【要約】

【課題】信頼性が高く、そして長寿命なプラズマディスプレイおよびその製造方法を提供する。

【解決手段】基板上の複数の電極上にMgO膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、MgO膜の密度が3.2g/cm³以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材および基板上の複数の電極上にMgO膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンパー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した減圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMgO膜を形成する際、以下の式で算出される減圧雰囲気中の不純物レベルIが110ppm以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法。

I = (Qb+Qimp)/Qgas

Qb: 真空チャンバーのピルドアップレート

Qimp:真空チャンパーのガス導入ポートにおける導

入ガス中の不純物成分量 Qgas:導入ガス流量

いずれも単位は、Pa·m3/sとする。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】基板上の複数の電極上にMgO膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、MgO膜の密度が3.2g/cm<sup>3</sup>以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材。

【請求項2】請求項1に記載のプラズマディスプレイ用 部材を用いたことを特徴とするプラズマディスプレイ。

【請求項3】基板上の複数の電極上にMgO膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンパー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した滅圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMgO膜を形成する際、以下の式で算出される減圧雰囲気中の不純物レベルIが110ppm以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法。

I = (Qb+Qimp)/Qgas

Qb : 真空チャンパーのピルドアップレート

Qimp:真空チャンパーのガス導入ポートにおける導 入ガス中の不純物成分量

Qgas:導入ガス流量

いずれも単位は、Pa·m³/sとする。

【請求項4】減圧雰囲気中の不純物の成分が、H2O、 COまたはCO2から選ばれる少なくとも1種を含むこ とを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの 製造方法。

【請求項 5】真空チャンパーのピルドアップレートが、 $2 \times 10^{-7} \, \mathrm{Pa \cdot m^3} / \, \mathrm{s}$  以下であることを特徴とする請求項 3 記載のプラズマディスプレイの製造方法。

【請求項6】真空チャンパーのガス導入ポートにおける 導入ガス中の不純物レベルが1ppm以下であることを 特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製造 方法。

【請求項7】導入ガスが、少なくともO2またはN2を 含むことを特徴とする請求項3記載のプラズマディスプ レイの製造方法。

【請求項8】導入ガス中の不純物の成分が、H2O、C OまたはCO2から選ばれる少なくとも1種を含むこと を特徴とする請求項3記載のプラズマディスプレイの製 造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、プラズマディスプレイ用部材およびプラズマディスプレイならびにその製造方法に関する。

[0002]

【従来の技術】大きく重いプラウン管に代わる画像形成 装置として、軽く、薄型のいわゆる平面型表示パネルが 注目されている。平面型表示パネルとしては、液晶ディ スプレイが盛んに開発されているが、これには画像が暗 い、視野角が狭いといった課題が残っている。この液晶 ディスプレイに代わるものとして自発光型の放電型ディ スプレイであるプラズマディスプレイがあるが、液晶ディスプレイに比べて明るい画像が得られると共に、視野角が広く、さらに大型化、高精細化の要求に応えうることから、そのニーズが高まりつつある。

【0003】プラズマディスプレイは、前面板と背面板との間に設けられた放電空間内で、電極間にプラズマ放電を生じさせ、放電空間内に封入されたガスから発生した紫外線を、放電空間内に設けた蛍光体に照射させることにより表示が行われる。AC型のプラズマディスプレイでは、放電時のイオン衝撃から電極や誘電体層を保護する目的で、MgO(酸化マグネシウム)膜が形成される場合が多い。また、MgOは2次電子放出係数の高い金属酸化物であり、これを用いることによりプラズマディスプレイの放電開始電圧が下がることから駆動が容易となる利点もある。

【0004】従来、放電型ディスプレイにおけるMgO膜の形成方法としては、例えばプラズマディスプレイについては、平行電極、誘電体層が形成された基板を真空チャンパー内に配置し、所定の圧力まで真空排気を行った後、酸素を導入しながら母材であるMgOペレットに電子ピーム(EB)を照射し、該基板上にMgOを堆積させるといった蒸着法が主流である。

【0005】プラズマディスプレイにおいて、MgO膜はその表面が放電空間に接していることから、プラズマディスプレイの放電特性に大きな影響を及ぼし、その表面状態や膜質は、表示の安定化、駆動性、長寿命などの上で重要な因子である。

【0006】一般に、プラズマディスプレイにおいては、結晶配向性が悪く低密度のMgO膜では、長時間点灯によるMgO膜の経時変化が大きいといった問題がある。MgO膜の経時変化が大きいと、放電電圧が上昇するので点灯しないセル(非点灯セル)が増加してしまう

【0007】この課題に対して、例えば、特開平5-234519号公報にはAC型プラズマディスプレイパネルの製造方法として、MgO膜を形成する際に、蒸着面に対してイオンビームを照射しながら成膜する方法が開示されている。また、特開平8-255562号公報には、プラズマディスプレイパネルにおける誘電体用保護膜の形成方法として、同じくMgO膜を形成する際に、真空チャンバー内にオゾンガスを導入すると共に、蒸着面に紫外線を照射しながら成膜する方法が開示されている。

【0008】 しかし、これらの形成方法は、対角42インチといった大型基板に適用することは容易ではない上に、パネルの長時間点灯による表示動作の信頼性という点で、形成されたMgO膜の膜質では十分とは言えなかった。

[0009]

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明は、従来

の技術における上述した問題点に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、膜密度が高いMgO膜を形成することで、長時間点灯による表示動作が安定で長寿命なプラズマディスプレイおよびその製造方法を提供することにある。

【0010】本発明者等はかかる課題に対して、MgO 膜を形成する減圧雰囲気中に存在する不純物の低減が重 要であることを見出した。つまり、従来の製造方法によ れば、蒸着中雰囲気には、真空チャンバー内壁からの放 出ガス、および酸素などの導入ガス中の不純物ガスが残 存しており、これらガス成分がMgOが蒸着されている 結晶成長最表面に吸着し、結晶成長を阻害したり、膜中 に取りこまれていた。真空チャンパー内壁からの放出ガ スは、真空チャンパー内壁表面のガス吸着性に大きく依 存しており、従来の製造法の真空チャンパー内壁表面 は、主にステンレスであり放出ガスが多い。特に、表面 での吸着力が大きいH2OやCO2が多い。また、蒸着 時に真空チャンパーに酸素などのガスを導入する場合、 導入ガスは、導入直前までガス配管の中に密閉されてい るので、配管、バルブ、圧力調整器からなるガス導入系 の接ガス部位表面(配管、バルブ、圧力調整器等の内壁 で、ガスが流れる時に接する部分)からの放出ガスによ り汚染(不純物ガス成分量が増加)され、実際に真空チ ャンパーに導入される導入ガス中の不純物ガス成分量 は、ポンベに充填された導入ガスの不純物ガス成分量よ りも多くなっていた。

【0011】また、上述したガス導入系では、接ガス部位表面からの放出ガス量が多かったため、ガス導入配管内部の真空排気を行っても、直ぐに導入ガスは汚染されていた。また、配管の中にガスを流し不純物ガスを押し出す操作(パージ)を行っても、使用するガス中にppmレベルの不純物ガス、特に表面での吸着力の大きいH20ガスを含んでいると、バルブの弁座などのガスが停留しやすいデッドゾーンに不純物ガスが溜まるため、やはり、導入ガスは真空チャンパーに導入される時点で汚染されていた。

#### [0012]

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、基板上の複数の電極上にMg O膜が形成されてなるプラズマディスプレイ用部材であって、Mg O膜の密度が3.2g/cm³以上であることを特徴とするプラズマディスプレイ用部材。

【0013】また、本発明は、上記プラズマディスプレイ用部材を用いたことを特徴とするプラズマディスプレイである。

【0014】さらに、本発明は、基板上の複数の電極上にMg O膜を形成してなるプラズマディスプレイの製造方法であって、基板を真空チャンバー内に配置し予備排気した後、導入ガスを導入した減圧雰囲気中で基板上の複数の電極上にMg O膜を形成する際、以下の式で算出

される減圧雰囲気中の不純物レベルIが110ppm以下であることを特徴とするプラズマディスプレイの製造方法である。

I = (Qb+Qimp)/Qgas

Qb: 真空チャンバーのビルドアップレート

Qimp:真空チャンバーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物成分量

Qgas:導入ガス流量

いずれも単位は、Pa·m³/sとする。

#### [0015]

【発明の実施の形態】以下に、本発明の好ましい実施の 形態を説明する。本発明のプラズマディスプレイ用部材 に用いられる基板は、その上に放電のためのストライプ 状の電極が形成されている。ストライプ状の電極とは、 短冊型の平行した電極だけでなく、平行した電極に画索 サイズよりも小さな突起やT字形状を付与した電極も指 す。

【0016】本発明におけるMgO膜の密度は、3.2 g/cm³以上である。ボイド、格子欠陥、不純物が少なく良好な結晶となるためである。良好な結晶を有するMgO膜は、プラズマディスプレイ点灯時の放電によるイオン衝撃に対して経時変化が少ないので、プラズマディスプレイの寿命が長く、表示動作が安定となる。より好ましくは3.4 g/cm³以上である。一方、膜密度が3.2 g/cm³よりも小さくなると、膜中の格子欠陥、不純物が多くなるため、格子面間隔の不均一性およびボイドが増加し、結晶性が低下する。すなわち、長時間点灯によるMgO膜の経時変化が大きくなる(放電によるMgO膜のスパック量増加)ので、放電電圧の上昇、放電マージンの狭幅化が起こり、表示動作が不安定となるという問題を生ずる。

【0017】次に、本発明のプラズマディスプレイの製造方法を順に沿って説明する。図1に、以下の工程を用いて作製したプラズマディスプレイパネルの概略断面図を示す。

【0018】(構成基板作製工程) 背面板1の作製方法について述べる。背面板1に用いるガラス基板は、特に限定しないが、一般的にはソーダライムガラスやソーダライムガラスをアニール処理したガラス、または、高歪み点ガラス(例えば、旭硝子社製 "PD-200")等を用いることができる。ガラス基板のサイズは特に限定はなく、厚みは1~5mmのものを用いることができる。

【0019】ガラス基板上に、スクリーン印刷や感光性 導電ペーストを用いたフォトリソグラフィー法によっ て、銀やアルミ、銅、金、ニッケル、酸化錫、ITO等 を含むアドレス電極層をパターン形成する。さらに、放 電の安定化のためにアドレス電極層の上に誘電体層を設 けても良い。

【0020】アドレス電極層を形成したガラス基板上

に、電極層と平行に位置した隔壁をサンドブラスト法、型転写法、フォトリソグラフィー法等によって形成する。本発明に使用する隔壁の材料としては特に限定されず、珪素およびホウ素の酸化物を含有するガラス材料が適用される。また、屈折率が1.5~1.68のガラス材料を70重量%以上含むことがフォトリソグラフィー法によって形成する場合バターン形状が良好な矩形または台形となるため有利である。

【0021】さらに、電極層および隔壁層を形成したガ ラス基板上に、感光性蛍光体ペーストを用いたフォトリ ソグラフィー法、ディスペンサー法、スクリーン印刷法 等によって蛍光体層を形成する。本発明に使用する蛍光 体材料は特に限定されない。例えば、赤色では、Y 203: Eu, YVO4: Eu, (Y, Gd) BO3: E u、Y2O3S: Eu、γ-Zn3 (PO4) 2: Mnがあ る。緑色では、Zn2GeO2: Mn、BaAl12O19: Mn, Zn2SiO4:Mn, LaPO4:Tb, Zn S: Cu, Al, Zn2SiO4: Mn, As, (ZnC d) S:Cu, Al、ZnO: Znなどがある。 青色で は、Sr<sub>5</sub> (PO<sub>4</sub>) 3Cl:Eu、BaMgAl 14O23: Eu, BaMgAl 10O17: Eu, BaMg2 Al<sub>14</sub>O<sub>24</sub>: Eu、ZnS: Ag+赤色顔料、Y<sub>2</sub>Si O<sub>s</sub>: Ceなどが挙げられる。このようにして、背面板 1を作製することができる。

【0022】次に前面板2の作製方法について述べる。 前面板2に用いるガラス基板については、背面板1に述 べたものと同様である。

【0023】まず、ガラス基板上に、放電のための複数の電極を形成する。電極形成法としては、例えば、酸化錫、ITOなどの透明電極をリフトオフ法、フォトエッチング法などによって、銀やアルミ、銅、金、ニッケル等をスクリーン印刷や感光性導電ペーストを用いたフォトリソグラフィー法によってパターン形成してもよい。また、より低抵抗な電極を形成する目的で透明電極の上にバス電極を形成してもよい。ここで、放電のための複数の電極を形成したガラス基板上に、透明誘電体層をスクリーン印刷法などにより形成することもできる。その場合の透明誘電体材料は特に限定されないが、PbO、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiO<sub>2</sub>を含有する誘電体材料が適用される。

【0024】放電のための複数の電極を形成したガラス基板上に、放電によるイオン衝撃からの保護を目的としてMgO膜を形成する。形成手法は、電子ビーム蒸着法、プラズマ蒸着法、イオンビームアシスト蒸着法、Mgターゲットの反応性スパッタ法、イオンビームスパッタ法、CVD法などが適用できる。いずれの形成手法においても、基板を真空チャンパー内に配置し、予備排気した後、放圧雰囲気中で基板上に母材の蒸着、またはターゲットのスパッタリングなどによりMgO膜を形成する。

【0025】MgOの蒸着またはスパッタリングでは、

滅圧雰囲気中に導入ガスを導入することが必要である。 導入ガスは、ターゲットのスパッタリング、イオンビームなどに利用したり、膜質を制御する目的で導入されるガスであり、具体的にはHe、Ne、Ar、Kr、Xeなどの希ガス、H2、N2、O2から選ばれる少なくとも1種を含んでいる単体または混合ガスであることが好ましい。スパッタリング、イオンビームを用いる場合、希ガスは不活性であるのでMgOと反応しにくいため好ましく用いることができる。また、 $H_2$ や $N_2$ はMgO膜の結晶配向性や結晶粒径を制御する場合に、 $O_2$ はMgO膜中の酸素欠損を低減する場合にそれぞれ好ましく用いられる。特に、スパッタリング法ではArと $O_2$ の混合ガスを、電子ビーム蒸着法では $O_2$ を特に好ましく用いることができる。

【0026】また、プラズマディスプレイの長時間点灯による表示動作の信頼性を向上するには、長時間点灯による経時変化が少ないMgO膜を形成することが必要である。そのためには、膜密度が高く、長時間点灯による表示動作が安定なMgO膜を形成する必要があり、MgO膜を形成する減圧雰囲気中に存在する不純物ガスの低減が重要である。すなわち、以下の式から算出される不純物レベルIが110ppm以下であることが必要である。

【0027】I=(Qb+Qimp)/Qgas ここで、Qbは真空チャンパーのピルドアップレート、 Qimpは真空チャンパー導入ポートにおける導入ガス 中の不純物成分量、Qgasは真空チャンパーに導入す るガス流量である。単位は全てPa・m³/sである。 ここで、ピルドアップレートとは、真空状態から真空排 気を停止した時の、密閉された空間の圧力上昇速度に空間の体積を乗じたものであり、単位時間当たりに表面から空間に放出されるガス量を示すものである。導入ガス 中の不純物ガス成分量とは、真空チャンパーに導入する ガス流量にそのガスの純度を乗じたものであり、単位時間あたりに真空チャンパーに送り込まれる不純物ガス量 を示すものである。

【0028】減圧雰囲気中の不純物レベル I を110 p p m 以下にすることで、長時間点灯による経時変化が少ないM g O 膜が形成でき、長寿命なプラズマディスプレイを作製できる。減圧雰囲気の不純物レベル I が、110 p p m よりも多い場合、M g O が結晶成長している最表面に不純物ガスが吸着するので、結晶成長を阻害し形成されるM g O 膜の結晶性が低下し、膜密度が低下する。更に、吸着した不純物ガスが膜中に取り込まれると、膜中の不純物ガスが増大してしまう。膜中に取り込まれた不純物ガスは、プラズマディスプレイ点灯時の放電により膜中から放電ガス空間に放出され、点灯(放電)していない時にM g O 膜表面に吸着する。したがって、膜中の不純物ガスが上記上限値より多いと、M g O 膜表面に吸着する不純物ガスも多くなり、M g O 膜の2

次電子放出係数が低下、すなわち放電電圧が増加する。 放電電圧が増加したセルでは、以前に設定された放電電 圧では放電しないので、点灯すなわち表示ができなくな る。この点から、減圧雰囲気中の不純物レベルが30p pm以下であることが好ましい。

【0029】不純物ガスとは、MgO膜表面に吸着しやすいガスであり、具体的な例としてはH2O、CO、CO2などが挙げられる。これらのガスが吸着すると、Mg(OH)2、MgCO3などが形成されるので、膜質を低下させてしまうことがある。

【0030】本発明のプラズマディスプレイの製造方法は、MgO膜を形成する雰囲気中の不純物の低減に関するので、真空チャンバーのビルドアップレートは、2×10<sup>-7</sup>Pa・m³/s以下であることが好ましい。真空チャンバーのビルドアップレートが2×10<sup>-7</sup>Pa・m³/sよりも大きいと、MgO膜の膜質が低下する傾向にある。ビルドアップレートを2×10<sup>-7</sup>Pa・m³/s以下にするためには、真空チャンバーの内壁面に電解研磨あるいは複合電解研磨されたステンレスや、エタノールを吹きつけながら切削するEL加工あるいは、アルゴン雰囲気中で切削するEX加工されたアルミ、またはアルミ合金を用好ましく用いることができる。バルブの弁座の材質には、"バイトン"、"テフロン(登録商標)"などの有機物ではなく、金属を用いることが好ましい。

【0031】また、真空チャンパーのガス導入ポートに おける導入ガス中の不純物レベルは、1 p p m 以下であ ることが好ましい。導入ガス中の不純物レベルとは、導 入ガス中の不純物成分量Qimpを導入ガス流量Qgosで除 したものである。不純物レベルを1ppm以下にするた めには、配管、パルプ、圧力調整器、流量計などの接ガ ス部位に、電解研磨あるいは複合電解研磨されたステン レスを用いたり、バルブの弁座を金属製にするなどの他 に、非蒸発型ゲッターを用いたガス精製器を用いること 前に、配管内部に導入ガスをフローさせ不純物ガスを押し し流す "パージ"を行うことも有効である。 真空チャ ンパーのガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レ ベルが、1ppmよりも大きいと、減圧雰囲気中の不純 物レベルが増大する傾向にあり、長時間点灯により経時 変化が大きいMgO膜が形成されることがある。

【0032】本発明において、MgO膜を形成する工程における、基板温度、成膜速度、導入ガス分圧などの成膜条件は特に限定されないが、電子ビーム蒸着法を用いた場合、基板温度を<math>150~250℃、成膜速度を0.1~5 nm/s、導入ガスを酸素とし、分圧 $1\times10^{-3}~9\times10^{-2}$ Paであることが好ましい。

【0033】以上、MgO膜を形成する場合について説明したが、上記MgO保護膜形成方法は、SrO、CaO、Ce<sub>2</sub>O、SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SrGdOなどの酸

化物、および $MgF_2$ 、 $CaF_2$ などのフッ化物にも適用可能である。このようにして前面板2を作製することができる。

【0034】(封着工程)前面板と背面板を封着用のガラスフリットを用いて封着する工程(封着工程)について述べる。本発明に使用する封着用のガラスフリット材料は特に限定されないが、例えば、PbO、 $B_2O_3$ 等を含有する低融点ガラスとセラミックスフィラーからなる複合系フリットや、PbO、ZnO、 $B_2O_3$ 等からなる結晶性フリットを好ましく用いることができる。各組成については、使用するガラス基板の熱膨張係数や封着後の工程での最高処理温度などによって適宜選択することができる。

【0035】前面板と背面板の間の所定の位置に封着用ガラスフリットを配置する方法としては、あらかじめ成形型で作製しておいた成形体を用いる他に、封着用ガラスフリットをペースト化し、背面板と前面板のどちらか一方、または双方に塗布することができる。封着用ガラスフリットペーストに用いるポリマーおよび溶媒は特に限定されない。例えば、ポリマーとしてはポリメチルメタクリレート(PMMA)などのアクリル系樹脂、溶媒としてαーターピネオール等である。塗布方法としては、例えば、スクリーン印刷法、ディスペンサー法などを用いることができる。

【0036】次に、封着後のパネルの厚み方向のばらつきを少なくするように、前面板および背面板に均等に外力を加えて支持する。外力を加える方法としては、耐熱合金(例えば、インコネル合金など)製クリップや、金風製平板などを用いることができる。

【0037】また、真空排気用のガラス配管を設けるため、ガラス配管と、背面板または前面板との接触部位に、同様の封着用ガラスフリットを配置しておく。配置方法としては、成形体を用いる他に、ペーストを塗布する方法などがある。

【0038】ガラスフリットの軟化点以上の温度で一定時間上記のように保持することで前面板と背面板、および構成基板とガラス配管を封着する。封着温度や保持時間は、ガラスフリットの材料により適宜設定することができる。封着後に一度室温付近まで冷却後、後述する真空排気・放電ガス封入工程を行ってもよいが、あらかじめ、構成基板の真空排気用ガラス管と排気装置を接続しておき、室温まで冷却せずに下記の真空排気・放電ガス封入工程を行ってもよい。

【0039】(真空排気・放電ガス封入工程) 封着した 部材内部を真空排気し、放電ガスを封入する工程につい て説明する。真空排気工程においては、封着された構成 基板のガラス配管から放電空間内の真空排気を行い、10<sup>-2</sup>Pa程度まで到達したら、封着された構成基板およびガラス配管の加熱を始める。加熱することで、放電内部表面などに吸着しているガスは表面から脱離し、そし

て活発に運動することでパネルから排出される。加熱温度は、封着フリットが流動性を示さない範囲であれば特に限定されず、放電のための電極を形成した基板上にMgO膜を形成した場合では通常200~380℃程度がよい。また、保持時間も特に限定されず、大型のパネルになれば保持時間は長くなるが、42インチ程度のパネルでも10時間以下程度である。

【0040】また、排気を行いながら一定温度で加熱する時に、より効果的に放電空間内の残留ガスを少なくする目的で、ガスの導入・排気を繰り返したり、あらかじめ2本以上設けたガラス配管で、一方からガスを導入しながらもう片一方から排気を行ったりすることもできる。導入ガスとして放電ガスを用いた場合では、前面板の電極を用いて放電を行うことにより、放電空間内部表面に吸着したガスをより効率的に脱離・排出することができる。

【0041】排気しながら所定の加熱を行った後、排気を続けながら室温付近まで構成基板を冷却し、放電ガスを所定の圧力まで封入する。そしてガラス配管を溶断する。溶断には、ガスパーナーや電熱ヒーターなどを用いることができる。

【0042】最後に、駆動回路を実装してプラズマディスプレイを完成する。

#### [0043]

【実施例】以下に、本発明を実施例を用いて具体的に説明する。但し、本発明はこれに限定されない。

#### (測定方法)

(1) 膜密度は、あらかじめ重量を測定したSi基板 (5cm×5cm) 上にMgO膜を厚み2μm成膜し、 成膜前との比較における成膜後の重量増加分から算出し た。重量測定は精密電子天秤を用いて室温25℃にて行った。

【0044】(2) ビルドアップレート ビルドアップレートは、ダイナミックレンジの広いイオ ンゲージ (例えば、ライボルト (株) 製エクスタラクタ ーゲージ) を真空チャンパーに取りつけて測定した。真 空チャンパーの真空排気を行った後、真空チャンパーと 真空排気ポンプとの間にあるメインバルブを閉じた。こ の後の圧力の変化をパソコンに取りこみ、昇圧速度に、 真空チャンパーガスの内容積を乗じて算出した。

【0045】(3) 導入ガス中の不純物分析 真空チャンパーに導入する導入ガス中の不純物の分析 は、真空チャンパーのガス導入ポートに大気圧イオン化 質量分析計(APIMS)を接続し、真空チャンパーに ガスを導入するのと同時に測定を行った。

【0046】 (実施例1) プラズマディスプレイを以下の手順にて作製した。

【0047】旭硝子社製 "PD-200" ガラス基板上 に、感光性銀ペーストを用いたフォトリソグラフィー法 によりアドレス電極パターンを形成した後焼成した。ア ドレス電極が形成されたガラス基板上に誘電体層をスクリーン印刷法により  $20\mu$  mの厚みで形成した。しかる後、感光性隔壁ペーストを用いたフォトリングラフィー法により隔壁パターンを形成した。次に蛍光体層をディスペンサー法にて形成した。蛍光体粉末は、赤:(Y,Gd,Eu)BO3、緑:(Zn,Mn)  $_2SiO_4$ 、青:(Ba、Eu) $MgAl_{10}O_{17}$ の組成のものを用いた。このようにして背面板を得た。

【0048】同様に "PD-200" ガラス基板上に、フォトエッチング法により I T O 電極を形成した後、感光性銀ペーストを用いたフォトリソグラフィー法によりパス電極パターンを形成した。しかる後、透明誘電体層をスクリーン印刷法により30 $\mu$ mの厚みで形成した。さらに500nm厚のMg O 膜を電子ピーム蒸着法により以下のようにして形成した。膜形成に使用した装置は成膜室とロードロック室から構成されており、成膜室の真空チャンパーはEX加工されたアルミ合金を用い、O-リングなどによる真空シールは用いずコンフラットフランジを用いた。成膜室の真空チャンパーの脱ガスペーキングを行った後、ビルドアップレート  $Q_{b}$ を測定した結果、 $3\times10^{-9}$ Pa·m³/sであった。

【0049】ロードロック室に放電のための電極、透明 誘電体層が形成された基板を配置し、10<sup>-5</sup>Pa台まで 真空排気を行った後、その基板を脱ガスペーキングされ た成膜室まで直線導入機で搬送した。次に基板を赤外線 ランプヒーターで250℃まで加熱し、成膜室の真空チ ャンバーに少なくともH<sub>2</sub>O、CO、CO<sub>2</sub>と不純物ガス として含む酸素ガスを導入ガスとして、導入流量Qgge = 2. 0×10<sup>-2</sup>Pa·m<sup>3</sup>/s (12sccm) で導 入しながら母材であるMgOに電子ピームを照射し、成 膜速度が3nm/sになるように投入電力を調節しなが ら基板上にMg O膜を蒸着した。この時、酸素ガスポン べと成膜室の真空チャンパーのガス導入ガスポートの間 には非蒸発型ゲッターを使用したガス精製器を配置し た。成膜中の圧力は $4 \times 10^{-2}$  Paであった。成膜を行 っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純 物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>gas</sub>は、0.01ppmであった。Q b、Q<sub>imp</sub>、Q<sub>ses</sub>から減圧雰囲気中の不純物レベル】を 算出すると0.16ppmである。このようにして前面 板を得た。同条件で作製したMgO膜の膜密度は、3. 45g/cm<sup>3</sup>であった。

【0050】次に、封着用ガラスフリットペーストをディスペンサー法を用いて背面板に塗布した。封着用ガラスフリットはPbO、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>およびセラミックスフィラーからなる複合系であり、軟化点は410℃である。溶媒はαーターピネオール、ポリマーにはPMMAを用いた。背面板のアドレス電極とバス電極が平行するように背面板と前面板とを配置して、インコネル製耐熱クリップを用いて、前面板および背面板の面内の中心軸に対称に外力を加えた。封着は450℃で15分間行った。昇

温および降温速度は5℃/分で行った。前面板と背面板を封着する時に一緒に、背面板側にガラス配管を設けた。

【0051】ガラス配管を通して、封着した前面板と背面板の内部の真空排気を行った。この封着した部材内部の真空度が1×10<sup>-3</sup>Pa以下に達した後に、このまま排気を行いながら350℃で5時間の加熱を行った。排気を行いながら、加熱を止め、室温まで冷却した後、放電ガスであるXe5%-Neガスを66.5kPaまで封入した。ガラス配管を電熱ヒーターを用いて溶断し、最後に、駆動回路を実装して、表示画素数640×480セルのプラズマディスプレイを作製した。

【0052】同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は2セルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加はなかった。非点灯セルとは全く点灯しないセルのほかに、安定に連続して点灯せず断続的に点灯しているセルも指す。 画索サイズ、ディスプレイの大きさ、表示する映像にもよるが、一般に非点灯セル数は少ない方が良く、10個以下さらには5個以下であることが好ましい。すなわち、本実施例で作製したディスプレイの表示動作は良好であった。

【0053】 (実施例2) 前面板MgO膜の形成に使用 する成膜室の真空チャンパーの脱ガスペーキングを行な わなかった以外は、実施例1と同様にプラズマディスプ レイを作製した。成膜室の真空チャンパーのビルドアッ プレートQ<sub>b</sub>を測定した結果、1×10<sup>-7</sup>Pa・m³/s であった。成膜を行っているときのガス導入ポートにお ける導入ガスの不純物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>sas</sub>は、0.03 ppmであった。すなわち、この実施例における減圧雰 囲気中の不純物レベル I は5.03 p p m であった。同 条件で作製したMgO膜の膜密度は、3.39g/cm 3であった。同条件で作製のプラズマディスプレイの6 ヶ月の連続点灯後において、非点灯セル数の増加は5セ ルであった。また、同条件で作製のプラズマディスプレ イを1ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、 非点灯セル数の増加はなかった。すなわち、表示動作は 良好であった。

【0054】(実施例3)前面板MgO膜の形成に使用する成膜室の真空チャンパーの脱ガスペーキングを行なわず、更に、酸素ガスボンペと成膜室の真空チャンパーのガス導入ガスポートの間にガス精製器を配置しなかった以外は、実施例1と同様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室の真空チャンパーのピルドアップレートQbを測定した結果、 $1\times10^{-7}$  Pa・ $m^3/s$  であった。成膜を行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベル $Q_{imp}/Q_{gas}$ は、20.05ppmであった。すなわち、減圧雰囲気中の不純物レベルIは25.05ppmであった。同条件で作製したMgO

膜の膜密度は、3.30g/cm<sup>3</sup>であった。同条件で 作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後にお いて、非点灯セル数の増加は6セルであった。また、同 条件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させず に放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加は 2 セルであった。すなわち、表示動作は良好であった。 【0055】 (実施例4) 前面板MgO膜の形成に使用 する成膜室の真空チャンバーに機械加工後脱脂処理した ステンレスを用いた以外は、実施例1と同様にプラズマ ディスプレイを作製した。成膜室のステンレス製真空チ ャンバーのピルドアップレートQbを測定した結果、2 ×10<sup>-6</sup>Pa・m<sup>3</sup>/sであった。成膜を行っていると きのガス導入ポートにおける導入ガスの不純物レベルQ  $_{imp}/Q_{ges}$ は、0.05ppmであった。すなわち、こ の実施例における減圧雰囲気中の不純物レベル I は 1 0 0.05ppmであった。同条件で作製したMgO膜の 膜密度は、3.26g/cm3であった。同条件で作製 のプラズマディスプレイの6ヶ月の連続点灯後におい て、非点灯セル数の増加は7セルであった。また、同条 件で作製のプラズマディスプレイを1ヶ月点灯させずに 放置した後の点灯においては、非点灯セル数の増加は3 セルであった。すなわち表示動作は良好であった。

【0056】 (比較例1) 前面板MgO膜の形成に使用 する成膜室の真空チャンパーに実施例4と同様の機械加 工後脱脂処理したステンレスを用い、更に、酸素ガスボ ンべと成膜室の真空チャンパーのガス導入ガスポートの 間にガス精製器を配置しなかった以外は、実施例1と同 様にプラズマディスプレイを作製した。成膜室のステン レス製真空チャンバーのビルドアップレートQxを測定 した結果、2×10<sup>-6</sup>Pa・m<sup>3</sup>/sであった。成膜を 行っているときのガス導入ポートにおける導入ガスの不 純物レベルQ<sub>imp</sub>/Q<sub>gas</sub>は、21.02ppmであっ た。すなわち、この実施例における減圧雰囲気中の不純 物レベル I は、121.02 ppmであり、同条件で作 製したMg O膜の膜密度は、3.12g/c m<sup>3</sup>であっ。 た。同条件で作製のプラズマディスプレイの6ヶ月の連 続点灯後において、非点灯セル数の増加は18セルであ った。また、同条件で作製のプラズマディスプレイを1 ヶ月点灯させずに放置した後の点灯においては、非点灯 セル数の増加は20セルであった。すなわち、表示動作 は良好ではなかった。

【0057】実施例1~5、および比較例1の、減圧雰囲気中の不純物レベルI、成膜室の真空チャンパーのピルドアップレートQb、ガス導入ポートにおける導入ガス中の不純物レベルQimp/Qgas、、MgO膜の密度、6ヶ月連続点灯における非点灯セルの増加数、および1ヶ月点灯させずに放置した後の非点灯セルの増加数を表1に示す。

[0058]

【表1】

l i	中の不純物レペサ゚(ppm)	O t		せずに放置した後の非点灯
実施例1	0.16	3 × 1 0 - 1	0.01 3.45 2	0
実施例 2	5.03	1 × 1 0 - '	0.03 3.39 5	0
実施例3	25.05	1 × 1 0 -7	20.05 3.30 6	2
実施例 4	1 0 0 . 0 5	2 × 1 0 '	0.05 3.26 7	3
比較例 1	1 2 1 . 0 2	2 × 1 0 '	21.02 3.12 18	2 0

[0059]

【発明の効果】本発明によって長時間放電による経時変化の少ないMgO膜が形成でき、信頼性が高く、そして長寿命なプラズマディスプレイを作製できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例を説明するための放電型ディス

プレイの断面概略図。

【符号の説明】

1 :背面板

2 : 前面板

3, 4:ガラス基板

5 : アドレス電極

6 : 誘電体

7 : 隔壁

8 : 蛍光体

9 : 透明電極

10 : バス電極11 : 透明誘電体

12 : Mg O膜

13 : 封着用ガラスフリット

#### 【図1】

